

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-064483

(43)Date of publication of application : 13.03.2001

(51)Int.Cl.

C08L 63/00
C08G 59/20
G02F 1/1339**BEST AVAILABLE COPY**

(21)Application number : 11-242316

(71)Applicant : SUMITOMO BAKELITE CO LTD

(22)Date of filing : 27.08.1999

(72)Inventor : MORI TETSUYA

(54) SEALING MATERIAL COMPOSITION FOR LIQUID CRYSTAL DISPLAY DEVICE**(57)Abstract:**

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject composition less prone to cause its rapid viscosity drop during its heat-curing process using a hot press and excellent in seal shape retainability by including an epoxy resin, a curing agent, a specific compound and an inorganic filler.

SOLUTION: This composition is obtained by including (A) an epoxy resin, (B) a curing agent, (C) 3-5 pts.wt., based on 100 pts.wt. of the total epoxy resin, of an epoxidized polybutadiene, and (D) an inorganic filler; wherein the component A is pref. such one as to contain 60-100 pts.wt. of two kinds of epoxy resins, i.e., an ortho-cresol novolak-type epoxy resin and a dicyclopentadiene-type epoxy resin, in 100 pts.wt. of the total epoxy resin, and it preferable that the component C is 500-2,000 in the number-average molecular weight of the main chain and 3-10 wt.% in the epoxy group addition proportion based on the number-average molecular weight of the polybutadiene as the main chain.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.*** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] The sealant constituent for liquid crystal display components characterized by coming to contain an epoxy resin (a), a curing agent (b), epoxidation polybutadiene (c), and an inorganic bulking agent (d) as an indispensable component.

[Claim 2] The sealant constituent for liquid crystal display components according to claim 1 said two kinds of whose epoxy resins an epoxy resin is the 60 - 100 weight sections to all the epoxy resin 100 weight sections, including two kinds of epoxy resins, polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac and a dicyclopentadiene mold epoxy resin.

[Claim 3] The sealant constituent for liquid crystal display components according to claim 1 or 2 whose number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain is 500-2000 in epoxidation polybutadiene.

[Claim 4] The sealant constituent for liquid crystal display components according to claim 1, 2, or 3 whose addition of epoxidation polybutadiene the rate of addition of an epoxy group is 3 - 10 % of the weight to the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain in epoxidation polybutadiene, and is 3 - 5 weight section to all the epoxy resin 100 weight sections.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the sealant constituent for liquid crystal display components.

[0002]

[Description of the Prior Art] The liquid crystal display component has spread widely as a flat-panel display from the descriptions, such as a light weight, a thin shape, and a low power. The liquid crystal display component is carrying out sticking-by-pressure closure of the periphery section of the glass of two sheets to which orientation processing was performed, or a plastic plate with adhesives, and, generally is calling these adhesives the sealant for liquid crystal display components (omitting sealant).

[0003] Conventionally, after a pattern is formed on a substrate and the sealant stuck the substrate with screen-stencil or a dispenser, it was put into oven, and the batch method which a temperature up and coincidence are made to harden has been adopted. There was an advantage that the seal configuration after hardening was finished finely without a sealant flowing out, while taking the time amount which hardening takes, since temperature was gradually raised from the room temperature in the case of this method and it went.

[0004] On the other hand, in order to shorten the time amount which seal hardening takes in recent years and to raise the productivity of a panel, the stuck substrate is pinched between the hot platens heated by the elevated temperature, and the hotpress method stiffened for a short time is being adopted. Since the hotpress method is excellent in thermal conductivity compared with the batch method, it has the merit which can shorten the setting time.

[0005] The evil of it becoming impossible to hold a seal configuration arises, and however, making use of the merit of a hotpress method, if curing temperature is made high when the conventional material is used may fully be unable to be finished. The approach of using together a silicone conversion epoxy resin and other epoxy resins chiefly being used for the conventional liquid crystal sealant (for example, JP,4-5063,B, JP,6-73164,A, JP,6-75231,A), and introducing such a siloxane frame suited the inclination which causes a rapid viscosity down in hotpress hardening, and is easy to cause an open circuit, a foaming phenomenon, etc. of a seal configuration, although there was an advantage of having given flexibility to a hardened material and raising shock resistance. If such a phenomenon happens, in order to imitate about [that liquid crystal impregnation becomes difficult] and an adhesive fall, to come and to reduce the yield of a panel remarkably, it is not very desirable in respect of productivity.

[0006]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention is a heat hardening process by the hotpress compared with the former, cannot start a rapid viscosity down easily and offers the sealant constituent for liquid crystal display components which was excellent in the seal configuration maintenance property.

[0007]

[Means for Solving the Problem] this invention person came to complete a header and this invention for the sealant constituent for liquid crystal display components characterized by coming to contain an epoxy resin, a curing agent, epoxidation polybutadiene, and an inorganic bulking agent.

[0008] That is, this invention is 1. The sealant constituent for liquid crystal display components, [0009] which are characterized by coming to contain an epoxy resin (a), a curing agent (b), epoxidation polybutadiene (c), and an inorganic bulking agent (d) as an indispensable component 2. Sealant Constituent for Liquid Crystal Display Components Given in 1 Term Epoxy Resin is [Said Two Kinds of Given Epoxy Resins] 60 - 100 Weight Sections to All Epoxy Resin 100 Weight Sections Coming [Two Kinds of Epoxy Resins, Polyglycidyl Ether of O-cresol-form Aldehyde Novolac and Dicyclopentadiene Mold Epoxy Resin,], [0010] 3. 1st Term whose Number Average Molecular Weight of Polybutadiene of Principal Chain is 500-2000 in Epoxidation Polybutadiene or Sealant Constituent for Liquid Crystal Display Components Given in Dyadic, [0011] 4. the 1st term whose addition of epoxidation polybutadiene the rate of addition of an epoxy group is 3 - 10 % of the weight to the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain in epoxidation polybutadiene, and is 3 - 5 weight section to all the epoxy resin 100 weight sections, the 2nd term, or the sealant constituent for liquid crystal display components given in 3 terms — come out.

[0012]

[Embodiment of the Invention] This invention is adding the epoxidation polybutadiene used as an indispensable component besides an epoxy resin, a curing agent, and an inorganic bulking agent in this system, and makes it a main point to be able to hold a seal configuration at a hotpress heat hardening process.

[0013] In order to check seal configuration maintenance, comparison examination of the thickening behavior of the sealant at the time of hardening was carried out by the viscoelasticity spectrometer. Using the parallel disk method, measurement applied the sealant on the disk, is 5 degrees C/m in rate from a room temperature to 200 degrees C, and pursued aging of the complex coefficient of viscosity when raising the temperature of a disk (drawing 1). When sealant A adds epoxidation polybutadiene, sealant B is the case where it does not add. After viscosity began to fall from the first stage and exceeded the minimal value in sealant B, by sealant A, a viscosity down was hardly seen to gelation to gelation being started. It was shown that the difference of such melt viscosity behavior has affected the seal configuration after hardening greatly.

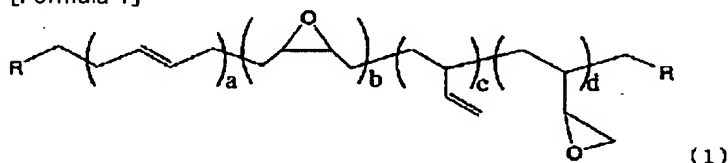
[0014] As an epoxy resin used by this invention, polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac, A dicyclopentadiene mold epoxy resin, the bisphenol A mold epoxy resin, An alkylation bisphenol A mold epoxy resin, a bisphenol female mold epoxy resin, Although an alkylation bisphenol female mold epoxy resin, a bisphenol smooth S form epoxy resin, a glycidyl amine mold epoxy resin, a phenol novolak mold epoxy resin, a biphenyl mold epoxy resin, a naphthalene mold epoxy resin, etc. are mentioned If possible, it is desirable to use what performed molecular distillation and narrowed molecular weight distribution.

[0015] In the epoxy resin used for this invention, it is effective to use polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac and a dicyclopentadiene mold epoxy resin in order to make a hydrophobic sealant hardened material form. Furthermore, since molecular weight distribution are small and it is easy to control the fluidity of the resin at the time of heat, it is suitable for hardening of the sealant by the hotpress. Moreover, as for the total quantity, it is desirable among [all] the epoxy resin 100 weight section to adjust so that it may become the 60 - 100 weight section. Since fluid control may become difficult depending on the class of epoxy resin and an open circuit of the above-mentioned seal and a foaming phenomenon may be caused in the case where the loadings of polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac and a dicyclopentadiene mold epoxy resin are under 60 weight sections, it is not desirable for hotpress hardening in this case.

[0016] Moreover, as a curing agent, the amine system curing agent generally used, an imidazole system curing agent, a dicyandiamide, a hydrazide system curing agent, an acid-anhydride system curing agent, a phenol system curing agent, etc. are usable as a curing agent for epoxy resins, in order to raise shelf life further, these microencapsulation curing agents, an adduct mold-curing agent, etc. are usable, and a hardening accelerator can also be further used together to these. As a hardening accelerator, things generally used, such as the Lynn system compound, an imidazole system compound, a urea system compound, a dibasic-acid compound, and a DBU salt, are used.

[0017] The epoxidation polybutadiene used by this invention is expressed with the general formula (1) which made the epoxy group add to polybutadiene.

[Formula 1]



In addition, a, b, c, and d express the number of repeats of each structural unit, it is $1.7 \leq a \leq 10.8$, $0.1 \leq b \leq 0.85$, $3.9 \leq c \leq 25.3$, and $0.15 \leq d \leq 2$, and if they are the case where the rate of addition of an epoxy group fulfills the above-mentioned conditions to the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain, and the polybutadiene of a principal chain, they can take any value.

[0018] If it is desirable to use the thing of 500-2000 as for the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain and it is less than 500, when the addition effectiveness may be hard to be acquired and it will exceed 2000, epoxidation polybutadiene may solidify and the workability at the time of combination may get worse. Moreover, it is desirable that the rate of addition of an epoxy group uses 3 - 10% of the weight of a thing to the polybutadiene of a principal chain, when it is less than 3 % of the weight, since the concentration of the epoxy group of epoxidation polybutadiene is low, a reaction with a curing agent is not fully performed, but epoxidation polybutadiene may dissociate from a sealant hardened material after hardening. Moreover, when exceeding 10 % of the weight, epoxidation polybutadiene may solidify, the viscosity of about [that the workability at the time of combination gets worse] and a sealant may rise, and trouble may be caused to printing nature. Moreover, as for the addition of epoxidation polybutadiene, it is desirable to consider as 3 - 5 weight section to all the epoxy resin 100 weight sections. Neither a lifting nor sufficient addition effectiveness to like may be acquired in a rapid viscosity down at the heat hardening process by the hotpress the case of under 3 weight sections. Moreover, when exceeding 5 weight sections, the viscosity of a sealant may rise and trouble may be caused to printing nature.

[0019] Moreover, as an inorganic filler, for example, the carbonate of various metals, a sulfate, an alumina, a silica, titanium oxide, potassium titanate, etc. are raised, and it is desirable a kind or to use an alumina and a silica for two or more sorts from various points in these, using together. Furthermore, as an addition of an inorganic filler, it is desirable to consider as 3 - 50 % of the weight in all constituents from the point of workability, such as printing nature.

[0020] Moreover, a solvent may be added if needed for the viscosity control of a sealant constituent, and the purpose of homogeneity mixing of each component. although there is especially no limitation also about the solvent used — polyhydric-alcohol systems, such as ester solvents, such as aromatic hydrocarbons solvents, such as

hydrocarbon system solvents, such as for example, n-hexane, n-Deccan, and a cyclohexane, benzene, toluene, and a xylene, butyl acetate, and benzyl acetate, methyl cellosolve, butyl cellosolve, methyl carbitol, ethyl carbitol, butyl carbitol, methyl-cellosolve acetate, ethylene glycol, a diethylene glycol, and a jig lime, the derivative of those, etc. — a kind — or two or more sorts be used, be used together. As for the addition of a solvent, it is desirable to consider as 2 – 50 % of the weight in all components from points, such as printing nature.

[0021] Moreover, a coupling agent, a defoaming agent, a leveling agent, etc. may be added as other components. In case the sealant constituent for liquid crystal display components of this invention is prepared, in order to make homogeneity mix each component, it is desirable to use 3 rolls etc. and to fully knead.

[0022]

[Example] Although the example of this invention is explained below, this invention is not limited at all by these examples.

[0023] About the evaluation using the sealant obtained in the example and the example of a comparison, it is as follows.

1. The spherical silica spacer with a diameter of 5 micrometers was mixed 1% to the production sealant of a test piece, and the test piece for hotpress hardening was produced in the following ways.

1.1 The pattern of a sealant like drawing 2 was printed in the center section on the glass substrate which performed washing processing beforehand using the version of 300 meshes of screen-stencil.

1.2 90 degrees C was heated and the substrate of the predrying above volatilized 30 minutes in hot air drying equipment / solvent to contain.

1.3 Lamination / heat hardening, next the glass substrate that performed washing processing beforehand were inserted between the substrate [finishing / predrying], and lamination and the hot platen set as 150 degrees C, where the pressure of 1 kgf/cm² is put, heating was performed for 2 hours, and the sealant was stiffened.

[0024] 2. The visual observation of the configuration after the completion of evaluation hardening of a seal configuration is performed, there is no open circuit, and line breadth used the equal thing as the excellent article. Moreover, it had disconnected and all of a thing with a trace in which it foamed from the interior of a seal, and the thing which has unequal line breadth considered as the defective.

[0025] (Example 1) as an epoxy resin — polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac (the Nippon Kayaku Co., Ltd. make —) the EOCN-1020-55 40 weight section and a dicyclopentadiene mold epoxy resin (the Dainippon Ink chemistry company make —) the HP-7200 20 weight section and a naphthalene mold epoxy resin (the Dainippon Ink chemistry company make —) As the HP-4032 40 weight section and a curing agent, the adipic-acid dihydrazide (Otsuka chemistry company make) 10 weight section, the epoxidation polybutadiene resin (the Nippon Oil chemistry company make —) whose rate of addition of an epoxy group the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain is 700, and is 3.5 % of the weight to the polybutadiene of a principal chain as the E-700-3.53 weight section and an inorganic filler — a non-fixed form silica (the product made from Japanese Aerosil —) Stirring mixing of the ethyl carbitol 13 weight section was carried out as the Aerosil R-9725 weight section, the spherical silica (ADOMA tex company make, SO-C4) 60 weight section, and a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the liquid crystal sealant was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0026] (Example 2) as an epoxy resin — the bisphenol A mold epoxy resin (oil-ized shell epoxy company make —) the Epicoat 828 40 weight section and polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac (the Sumitomo Chemical Co., Ltd. make —) the ESCN-195LB40 weight section and a dicyclopentadiene mold epoxy resin (the Dainippon Ink chemistry company make —) As the HP-7200H 20 weight section and a curing agent, the dicyandiamide 15 weight section, the epoxidation polybutadiene resin (the Nippon Oil chemistry company make —) whose rate of addition of an epoxy group the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain is 1500, and is 8 % of the weight to the polybutadiene of a principal chain as the E-1500-8.05 weight section and an inorganic filler — a non-fixed form silica (the product made from Japanese Aerosil —) Stirring mixing of the methyl carbitol 20 weight section was carried out as the Aerosil R-9725 weight section, the alumina (Showa Denko K.K. make, UA-5055) 60 weight section, and a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the adhesives constituent was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0027] (Example 3) as an epoxy resin — polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac (the Sumitomo Chemical Co., Ltd. make —) the ESCN-195LB60 weight section and a dicyclopentadiene mold epoxy resin (the Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make —) The number average molecular weight of the polybutadiene of the HP-7200 40 weight section and a principal chain is 1000. the epoxidation polybutadiene resin (the Nippon Oil chemistry company make —) whose rate of addition of an epoxy group is 6.5 % of the weight to the polybutadiene of a principal chain As the E-1000-6.55 weight section and a curing agent, the adipic-acid dihydrazide (Otsuka chemistry company make) 10 weight section, As an inorganic filler, the non-fixed form silica (product [made from Japanese Aerosil], Aerosil R-972) 5 weight section, Stirring mixing of the ethyl carbitol 13 weight section was carried out as the spherical silica (ADOMA tex company make, SO-C4) 20 weight section and a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the adhesives constituent was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0028] (Example 4) as an epoxy resin — the bisphenol A mold epoxy resin (oil-ized shell epoxy company make —) The number average molecular weight of the polybutadiene of the Epicoat 1001 100 weight section and a principal chain is 1000. the epoxidation polybutadiene resin (the Nippon Oil chemistry company make —) whose rate of addition of an epoxy group is 6.5 % of the weight to the polybutadiene of a principal chain As the E-1000-6.54 weight

section and a curing agent, the adipic-acid dihydrazide (Otsuka chemistry company make) 13 weight section, As an inorganic filler, the non-fixed form silica (product [made from Japanese Aerosil], Aerosil R-972) 5 weight section, Stirring mixing of the methyl carbitol 20 weight section was carried out as the spherical silica (ADOMA tex company make, SO-C4) 20 weight section and a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the adhesives constituent was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0029] (Example 1 of a comparison) as an epoxy resin — the bisphenol A mold epoxy resin (oil-ized shell epoxy company make —) Epicoat 834 100 weight section, as a curing agent, dicyandiamide 15 weight section, The non-fixed form silica (product [made from Japanese Aerosil], NAX50) 5 weight section and the spherical silica (ADOMA tex company make, SO-C4) 60 weight section were carried out as an inorganic filler, stirring mixing of the methyl carbitol 20 weight section was carried out as a solvent, it kneaded enough with 3 more roll, and the adhesives constituent was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0030] (Example 2 of a comparison) as an epoxy resin — polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac (the Sumitomo Chemical Co., Ltd. make —) As the ESCN-195LB100 weight section and a curing agent, the adipic-acid dihydrazide (Otsuka chemistry company make) 10 weight section, As an inorganic filler, the non-fixed form silica (product [made from Japanese Aerosil], Aerosil R-972) 5 weight section, Stirring mixing of the ethyl carbitol 13 weight section was carried out as the spherical silica (ADOMA tex company make, SO-C4) 60 weight section and a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the adhesives constituent was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0031] (Example 3 of a comparison) as an epoxy resin — a glycidyl amine mold epoxy resin (oil-ized shell epoxy company make —) the Epicoat 604 50 weight section and the bisphenol A mold epoxy resin (oil-ized shell epoxy company make —) As the Epicoat 1001 50 weight section and a curing agent, the dicyandiamide 15 weight section, The non-fixed form silica (product [made from Japanese Aerosil], Aerosil R-972) 5 weight section and the alumina (Showa Denko K.K. make, UA-5055) 60 weight section were carried out as an inorganic filler, stirring mixing of the methyl carbitol 20 weight section was carried out as a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the adhesives constituent was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0032] (Example 4 of a comparison) as an epoxy resin — polyglycidyl ether of o-cresol-form aldehyde novolac (the Nippon Kayaku Co., Ltd. make —) the EOCN-1020-55 40 weight section and a dicyclopentadiene mold epoxy resin (the Daiinippon Ink chemistry company make —) the HP-7200 20 weight section and a naphthalene mold epoxy resin (the Daiinippon Ink chemistry company make —) As the HP-4032 40 weight section and a curing agent, the adipic-acid dihydrazide (Otsuka chemistry company make) 10 weight section, the epoxidation polybutadiene resin (the Nippon Oil chemistry company make —) whose rate of addition of an epoxy group the number average molecular weight of the polybutadiene of a principal chain is 700, and is 3.5 % of the weight to the polybutadiene of a principal chain as the E-700-3.5 15 weight section and an inorganic filler — a non-fixed form silica (the product made from Japanese Aerosil —) Stirring mixing of the ethyl carbitol 13 weight section was carried out as the Aerosil R-9725 weight section, the spherical silica (ADOMA tex company make, SO-C4) 60 weight section, and a solvent, it fully kneaded with 3 more roll, and the liquid crystal sealant was obtained. The evaluation result of the seal configuration using the sealant obtained here was as being shown in Table 1.

[0033]

[Table 1]

表 1.

	シール形状評価結果
実施例 1	良好
実施例 2	良好
実施例 3	良好
実施例 4	良好
比較例 1	不良：断線あり
比較例 2	不良：断線、発泡あり
比較例 3	不良：発泡あり
比較例 4	不良：断線あり

[0034]

[Effect of the Invention] Since the sealant constituent for liquid crystal display components of this invention has the engine performance which can hold a seal configuration good also at the hardening process by the hotpress, it can attain shortening of the time amount which hardening takes.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-64483

(P2001-64483A)

(43) 公開日 平成13年3月13日 (2001.3.13)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 0 8 L 63/00		C 0 8 L 63/00	C 2 H 0 8 9
C 0 8 G 59/20		C 0 8 G 59/20	4 J 0 0 2
G 0 2 F 1/1339	5 0 5	G 0 2 F 1/1339	5 0 5 4 J 0 3 6

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平11-242316

(22) 出願日 平成11年8月27日 (1999.8.27)

(71) 出願人 000002141

住友ベークライト株式会社
東京都品川区東品川2丁目5番8号

(72) 発明者 森 哲也

東京都品川区東品川2丁目5番8号 住友
ベークライト株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 液晶表示素子用シール材組成物

(57) 【要約】

【課題】 従来に比べてホットプレスによる加熱硬化工程で急激な粘度低下をおこしにくく、シール形状保持特性の優れた液晶表示素子用シール材組成物を提供する。

【解決手段】 エポキシ樹脂、硬化剤、エポキシ化ポリブタジエン、無機充填剤を含んでなることを特徴とする液晶表示素子用シール材組成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 エポキシ樹脂（a）、硬化剤（b）、エポキシ化ポリブタジエン（c）および無機充填剤（d）を必須成分として含んでなることを特徴とする液晶表示素子用シール材組成物。

【請求項2】 エポキシ樹脂が、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂とジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂の2種類のエポキシ樹脂を含み、かつ前記2種類のエポキシ樹脂が全エポキシ樹脂100重量部に対して60～100重量部である請求項1記載の液晶表示素子用シール材組成物。

【請求項3】 エポキシ化ポリブタジエンにおいて、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が500～2000である請求項1又は2記載の液晶表示素子用シール材組成物。

【請求項4】 エポキシ化ポリブタジエンにおいて、エポキシ基の付加率が主鎖のポリブタジエンの数平均分子量に対して3～10重量%であり、且つエポキシ化ポリブタジエンの添加量が全エポキシ樹脂100重量部に対して3～5重量部である請求項1、2又は3記載の液晶表示素子用シール材組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は液晶表示素子用シール材組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】軽量、薄型、低消費電力等の特徴から、フラットパネルディスプレイとして液晶表示素子が広く普及している。液晶表示素子は、配向処理を施された二枚のガラス、あるいはプラスチック基板の外周部を接着剤により圧着封止しており、一般にこの接着剤を液晶表示素子用シール材（略してシール材）と呼んでいる。

【0003】従来、シール材はスクリーン印刷又はディスペンサーによって基板上にパターンが形成され、基板を貼り合わせた後にオープンに入れ、昇温と同時に硬化させていくパッチ方式が採用されてきた。この方式の場合、室温から徐々に温度を上げて行くことから、硬化に要する時間がかかる反面、シール材が流れ出すことなく、硬化後のシール形状がきれいに仕上がるという利点があった。

【0004】これに対して、近年シール硬化に要する時間を短縮してパネルの生産性を向上させるために、貼り合わせた基板を高温に熱せられた熱板間に挟み、短時間で硬化させるホットプレス方式が採用されつつある。ホットプレス方式は、パッチ方式と比べて、熱伝導性に優れているため、硬化時間を短縮化できるメリットを有している。

【0005】ところが、従来材を用いた場合、硬化温度を高くしていくとシール形状が保持出来なくなるといった弊害が生じ、十分にホットプレス方式のメリットをいか

しきれないことがある。従来の液晶シール材には、もっぱらシリコーン変成エポキシ樹脂と他のエポキシ樹脂とを併用する方法が用いられてきており（例えば、特公平4-5063号公報、特開平6-73164号公報、特開平6-75231号公報）、このようなシロキサン骨格を導入することは、硬化物に可撓性を持たせ、耐衝撃性を向上させるという利点があるが、ホットプレス硬化においては急激な粘度低下を引き起こして、シール形状の断線や発泡現象等を引き起こしやすい傾向にあった。このような現象が起これば、液晶注入が困難になるばかりか、接着性の低下をまねき、パネルの歩留まりを著しく低下させるために、生産性の面で非常に好ましくない。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、従来に比べてホットプレスによる加熱硬化工程で、急激な粘度低下をおこしにくく、シール形状保持特性の優れた、液晶表示素子用シール材組成物を提供するものである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者は、エポキシ樹脂、硬化剤、エポキシ化ポリブタジエン、無機充填剤を含んでなることを特徴とする液晶表示素子用シール材組成物を見出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明は、

1. エポキシ樹脂（a）、硬化剤（b）、エポキシ化ポリブタジエン（c）および無機充填剤（d）を必須成分として含んでなることを特徴とする液晶表示素子用シール材組成物、

【0009】2. エポキシ樹脂が、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂とジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂の2種類のエポキシ樹脂を含んでなり、かつ前記2種類のエポキシ樹脂が、全エポキシ樹脂100重量部に対して60～100重量部である1項記載の液晶表示素子用シール材組成物、

【0010】3. エポキシ化ポリブタジエンにおいて、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が、500～2000である1項又は2項記載の液晶表示素子用シール材組成物、

【0011】4. エポキシ化ポリブタジエンにおいて、エポキシ基の付加率が、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量に対して3～10重量%であり、且つエポキシ化ポリブタジエンの添加量が、全エポキシ樹脂100重量部に対して3～5重量部である1項、2項又は3項記載の液晶表示素子用シール材組成物、である。

【0012】

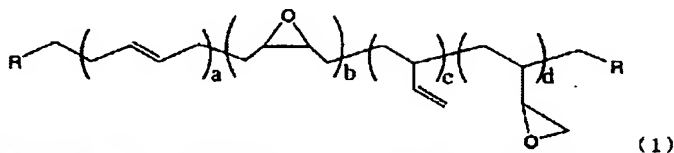
【発明の実施の形態】本発明は、エポキシ樹脂、硬化剤、無機充填剤の他に必須成分として用いられるエポキシ化ポリブタジエンをこの系に添加することで、ホットプレス加熱硬化工程でシール形状を保持できることを骨子とする。

【0013】シール形状保持を確認するため、硬化時の

シール材の増粘挙動を粘弾性スペクトロメーターにより比較検討した。測定は平行円盤法を用い、シール材を円盤上に塗布し室温から200℃まで毎分5℃の割合で、円盤の温度を上昇させていったときの複素粘性率の経時変化を追跡した(図1)。シール材Aはエポキシ化ポリブタジエンを加えた場合、シール材Bは加えなかった場合である。シール材Bでは粘度が初期から低下しはじめ、極小値を超えてからゲル化が開始されるのに対して、シール材Aではゲル化までほとんど粘度低下が見られなかった。このような熔融粘度挙動の差が、硬化後のシール形状に大きく影響を与えていることが示された。

【0014】本発明で用いるエポキシ樹脂としては、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂、ビスフェノールA型エポキシ樹脂、アルキル置換ビスフェノールA型エポキシ樹脂、ビスフェノールF型エポキシ樹脂、アルキル置換ビスフェノールF型エポキシ樹脂、ビスフェノールS型エポキシ樹脂、グリシジルアミン型エポキシ樹脂、フェノールノボラック型エポキシ樹脂、ビフェニル型エポキシ樹脂、ナフタレン型エポキシ樹脂等が挙げられるが、可能であれば分子蒸留を行い分子量分布を狭くしたものをを用いることが好ましい。

【0015】本発明に用いるエポキシ樹脂において、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂及びジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂を用いることは、疎水性のシール材硬化物を形成させるために有効である。更に、



尚、a, b, c, dは各構造単位の繰返し数を表し、 $1.7 \leq a \leq 10.8$ 、 $0.1 \leq b \leq 0.85$ 、 $3.9 \leq c \leq 25.3$ 、 $0.15 \leq d \leq 2$ であり、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量及び主鎖のポリブタジエンに対してエポキシ基の付加率が、上記の条件を満たす場合であれば、任意の値を取ることが出来る。

【0018】主鎖のポリブタジエンの数平均分子量は、500~2000のものをを用いるのが好ましく、500未満であると添加効果が得られにくい場合があり、2000を超える場合にはエポキシ化ポリブタジエンが固形化して配合時の作業性が悪化することがある。又、エポキシ基の付加率が、主鎖のポリブタジエンに対して3~10重量%のものをを用いるのが好ましく、3重量%未満の場合、エポキシ化ポリブタジエンのエポキシ基の濃度が低いために、硬化剤との反応が十分に行われず、硬化後にシール材硬化物からエポキシ化ポリブタジエンが分離することがある。又10重量%を超える場合は、エポキシ化ポリブタジエンが固形化して配合時の作業性が悪化するばかりか、シール材の粘度が上昇し印刷性に支障

分子分布が小さいことから、熱時の樹脂の流動性を制御することが容易であるため、ホットプレスによるシール材の硬化には適している。又、その合計量は、全エポキシ樹脂100重量部中、60~100重量部となるよう調整することが好ましい。オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂及びジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂の配合量が60重量部未満の場合では、エポキシ樹脂の種類によっては流動性制御が困難になることがあり、前述のシールの断線や発泡現象を引き起こすことがあるため、この場合はホットプレス硬化にとって好ましくない。

【0016】又、硬化剤としては、エポキシ樹脂用硬化剤として、一般に使用されるアミン系硬化剤、イミダゾール系硬化剤、ジシアジアンアミド、ヒドラジド系硬化剤、酸無水物系硬化剤、フェノール系硬化剤等が使用可能であり、更に保存性を向上させるために、これらのマイクロカプセル化硬化剤、アダクト型硬化剤等が使用可能であり、更に、これらに硬化促進剤を併用することもできる。硬化促進剤としては、リン系化合物、イミダゾール系化合物、尿素系化合物、二塩基酸化合物、DBU塩等一般的に使用されるものが用いられる。

【0017】本発明で用いるエポキシ化ポリブタジエンは、ポリブタジエンにエポキシ基を付加させた一般式(1)で表されるものである。

【化1】

をきたすことがある。又、エポキシ化ポリブタジエンの添加量は、全エポキシ樹脂100重量部に対して3~5重量部とすることが好ましい。3重量部未満の場合、ホットプレスによる加熱硬化工程で急激な粘度低下を起こしやすく、十分な添加効果が得られないことがある。又、5重量部を超える場合には、シール材の粘度が上昇し印刷性に支障をきたすことがある。

【0019】又、無機充填材としては、例えば、各種金属の炭酸塩、硫酸塩、アルミナ、シリカ、酸化チタン、チタン酸カリウム等があげられ、これらの中で種々の点からアルミナ、シリカを一種または二種以上併用して使用されることが好ましい。更に無機充填材の添加量としては、印刷性等の作業性の点から、全組成物のうち3~50重量%とすることが好ましい。

【0020】又、シール材組成物の粘度調整、各成分の均一混合の目的で必要に応じて溶剤を添加してもよい。使用される溶剤についても特に限定はないが、例えばn-ヘキサン、n-デカン、シクロヘキサン等の炭化水素系溶剤、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化

水素系溶剤、ブチルアセテート、ベンジルアセテート等のエステル系溶剤、メチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、メチルカルビトール、エチルカルビトール、ブチルカルビトール、メチルセロソルブアセテート、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ジグリム等の多価アルコール系及びその誘導体等が、一種あるいは二種以上併用されて使用される。溶剤の添加量は、印刷性等の点から全成分のうち2〜50重量%とすることが好ましい。

【0021】又、その他の成分としてカップリング剤、消泡剤、レベリング剤等を添加してもよい。本発明の液晶表示素子用シール材組成物を調製する際は、各成分を均一に混合させるために3本ロール等を用いて十分に混練することが好ましい。

【0022】

【実施例】以下に、本発明の実施例を説明するが、本発明はこれらの実施例によって何ら限定されるものではない。

【0023】実施例及び比較例で得たシール材を用いた評価については、以下の通りである。

1. 試験片の作製

シール材に直径5 μ mの球状シリカスペーサーを1%混合し、以下の要領でホットプレス硬化用の試験片を作製した。

1. 1 スクリーン印刷

300メッシュの版を用いて、洗浄処理を予め行ったガラス基板上の中央部に図2のようなシール材のパターンを印刷した。

1. 2 予備乾燥

上記の基板を熱風乾燥機中30分/90℃加熱し、含有する溶剤を揮発させた。

1. 3 貼り合わせ/加熱硬化

次に、洗浄処理を予め行ったガラス基板を予備乾燥済みの基板と貼り合わせ、150℃に設定された熱板間に挟み、1kgf/cm²の圧力をかけた状態で2時間加熱を行いシール材を硬化させた。

【0024】2. シール形状の評価

硬化完了後の形状を目視観測を行い、断線がなく線幅が均等なものを良品とした。又、断線していたり、シール内部から発泡したような痕跡があるもの、及び線幅の不均等なものは全て不良品とした。

【0025】（実施例1）エポキシ樹脂として、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂（日本化薬社製、EOCN-1020-55）40重量部、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂（大日本インキ化学社製、HP-7200）20重量部、ナフタレン型エポキシ樹脂（大日本インキ化学社製、HP-4032）40重量部、硬化剤としてアジピン酸ジヒドライド（大塚化学社製）10重量部、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が700であり、エポキシ基の付加率が主鎖のポリブタ

ジエンに対して3.5重量%であるエポキシ化ポリブタジエン樹脂（日本石油化学社製、E-700-3.5）3重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、球状シリカ（アドマテックス社製、SO-C4）60重量部、溶剤としてエチルカルビトール13重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して液晶シール材を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0026】（実施例2）エポキシ樹脂として、ビスフェノールA型エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製、エピコート828）40重量部、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂（住友化学社製、ESCN-195LB）40重量部、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂（大日本インキ化学社製、HP-7200H）20重量部、硬化剤としてジシアジアンミド15重量部、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が1500であり、エポキシ基の付加率が主鎖のポリブタジエンに対して8重量%であるエポキシ化ポリブタジエン樹脂（日本石油化学社製、E-1500-8.0）5重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、アルミナ（昭和電工社製、UA-5055）60重量部、溶剤としてメチルカルビトール20重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して接着剤組成物を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0027】（実施例3）エポキシ樹脂としてオルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂（住友化学社製、ESCN-195LB）60重量部、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂（大日本インキ化学工業社製、HP-7200）40重量部、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が1000であり、エポキシ基の付加率が主鎖のポリブタジエンに対して6.5重量%であるエポキシ化ポリブタジエン樹脂（日本石油化学社製、E-1000-6.5）5重量部、硬化剤としてアジピン酸ジヒドライド（大塚化学社製）10重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、球状シリカ（アドマテックス社製、SO-C4）20重量部、溶剤としてエチルカルビトール13重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して接着剤組成物を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0028】（実施例4）エポキシ樹脂としてビスフェノールA型エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製、エピコート1001）100重量部、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が1000であり、エポキシ基の付加率が主鎖のポリブタジエンに対して6.5重量%であるエポキシ化ポリブタジエン樹脂（日本石油化学社製、E-1000-6.5）4重量部、硬化剤としてアジピン

酸ジヒドラジド（大塚化学社製）13重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、球状シリカ（アドマテックス社製、SO-C4）20重量部、溶剤としてメチルカルビトール20重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して接着剤組成物を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0029】（比較例1）エポキシ樹脂としてビスフェノールA型エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製、エピコート834）100重量部、硬化剤としてジシアンジアミド15重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、NAX50）5重量部、球状シリカ（アドマテックス社製、SO-C4）60重量部、溶剤としてメチルカルビトール20重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して接着剤組成物を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0030】（比較例2）エポキシ樹脂として、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂（住友化学社製、ESCN-195LB）100重量部、硬化剤としてアジピン酸ジヒドラジド（大塚化学社製）10重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、球状シリカ（アドマテックス社製、SO-C4）60重量部、溶剤としてエチルカルビトール13重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して接着剤組成物を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0031】（比較例3）エポキシ樹脂として、グリシジルアミン型エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製、エピコート604）50重量部、ビスフェノールA型エポキシ樹脂（油化シェルエポキシ社製、エピコート1001）50重量部、硬化剤としてジシアンジアミド15重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、アルミナ（昭和電工社製、UA-5055）60重量部、溶剤としてメチルカルビトール20重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して接着剤組成物を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は

表1に示す通りであった。

【0032】（比較例4）エポキシ樹脂として、オルソクレゾールノボラック型エポキシ樹脂（日本化薬社製、EOCN-1020-55）40重量部、ジシクロペンタジエン型エポキシ樹脂（大日本インキ化学社製、HP-7200）20重量部、ナフタレン型エポキシ樹脂（大日本インキ化学社製、HP-4032）40重量部、硬化剤としてアジピン酸ジヒドラジド（大塚化学社製）10重量部、主鎖のポリブタジエンの数平均分子量が700でありエポキシ基の付加率が主鎖のポリブタジエンに対して3.5重量%であるエポキシ化ポリブタジエン樹脂（日本石油化学社製、E-700-3.5）15重量部、無機充填材として無定型シリカ（日本アエロジル社製、アエロジルR-972）5重量部、球状シリカ（アドマテックス社製、SO-C4）60重量部、溶剤としてエチルカルビトール13重量部を攪拌混合し、更に3本ロールにて十分に混練して液晶シール材を得た。ここで得られたシール材を用いたシール形状の評価結果は表1に示す通りであった。

【0033】

【表1】

表1.

	シール形状評価結果
実施例1	良好
実施例2	良好
実施例3	良好
実施例4	良好
比較例1	不良：断線あり
比較例2	不良：断線、発泡あり
比較例3	不良：発泡あり
比較例4	不良：断線あり

【0034】

【発明の効果】本発明の液晶表示素子用シール材組成物は、ホットプレスによる硬化工程でも、シール形状を良好に保持できる性能を有しているため、硬化に要する時間の短縮化を図ることが出来る。

【図面の簡単な説明】

【図1】複素粘性率の経時変化

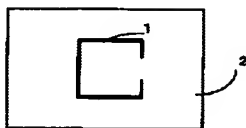
【図2】シール材のパターン印刷例

【符号の説明】

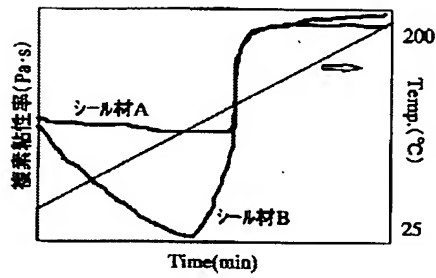
1：シール材

2：基板

【図2】



【図 1】



フロントページの続き

F ターム(参考) 2H089 KA15 MA04Y NA41 NA45
 NA48 NA53 PA19 QA12 QA13
 QA14
 4J002 CD00W CD18X FD017 FD146
 GJ02
 4J036 AD07 AD08 AD21 AE07 AF05
 AF06 AF08 AH00 AK03 DB06
 DB15 DC02 DC25 DC31 DC35
 DC41 DC46 DD07 FA03 FA04
 FA05 FA09 FA10 JA07

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.